

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-096167

(43)Date of publication of application : 11.04.1995

(51)Int.Cl.

B01J 13/04
B01F 3/08
B01J 13/02
// B41M 5/28

(21)Application number : 05-239570

(71)Applicant : MATSUMOTO YUSHI SEIYAKU CO
LTD

(22)Date of filing : 27.09.1993

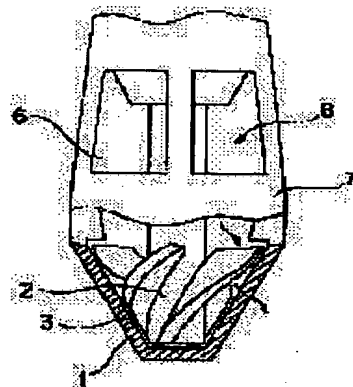
(72)Inventor : MASUDA TOSHIKI
IWASHITA YOSHIKI
FUJIE KOJI
TAKEUCHI KEISUKE

(54) PRODUCTION OF MICROCAPSULE

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a microcapsule having a sharp grain diameter distribution at an average grain diameter by supplying a hydro-phobic substance and an aq. medium from the rotor side of a homogenizer to turn a rotor and passing the mixture through a clearance and a liq. passage hole.

CONSTITUTION: A clearance 3 is provided inside a screen 1 having a liq. passage hole, and a rotor 2 having an impeller blade is furnished to constitute a homogenizer. A hydrophobic substance such as oily component and an aq. medium such as water are supplied from the rotor 2 side, the rotor 2 is turned at high speed, and the mixture is passed through the clearance 3 between the rotor 2 and screen 1 and a liq. passage hole of the screen 1. Consequently, the hydrophobic substance is emulsified and dispersed, and the hydrophobic substance is microcapsulated.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.04.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 25.02.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision] 2003-05113

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 27.03.2003

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-96167

(43) 公開日 平成7年(1995)4月11日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 J 13/04				
B 0 1 F 3/08	A			
B 0 1 J 13/02				
		6345-4G	B 0 1 J 13/ 02	A
		6345-4G		L
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 5 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平5-239570

(22) 出願日 平成5年(1993)9月27日

(71) 出願人 000188951

松本油脂製薬株式会社

大阪府八尾市渡川町2丁目1番3号

(72) 発明者 増田 俊明

大阪府八尾市渡川町2丁目1番3号 松本
油脂製薬株式会社内

(72) 発明者 岩下 良明

大阪府八尾市渡川町2丁目1番3号 松本
油脂製薬株式会社内

(72) 発明者 藤江 孝司

大阪府八尾市渡川町2丁目1番3号 松本
油脂製薬株式会社内

(74) 代理人 弁理士 皆崎 英士 (外1名)

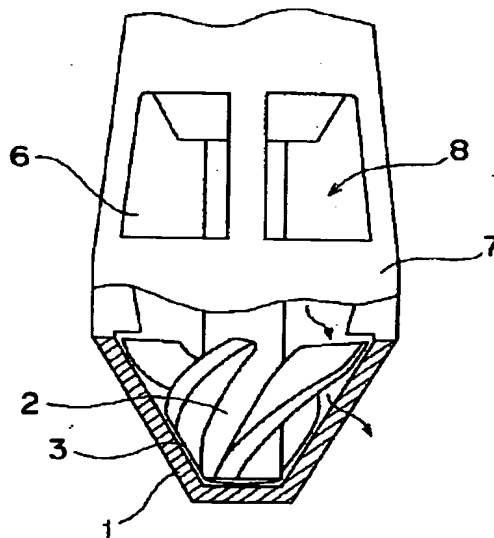
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 マイクロカプセルの製法

(57) 【要約】

【目的】 粒径の均一なマイクログラブルセルを得ること。

【構成】 通液孔(4)を有するスクリーン(1)と、その内側にクリアランス(3)を設けて配置した、羽根刃(5)を有する高速回転可能なローター(2)とを備えたホモジナイザーのローター側より疎水性物質と水性媒体とを供給しつつローター(2)を高速で回転させ、ローターとスクリーンとのクリアランス(3)およびスクリーンの通液孔(4)を通過させることにより、疎水性物質を水性媒体中に乳化分散させ、その乳化分散された疎水性物質をマイクログラブルセル化する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 通液孔(4)を有するスクリーン(1)と、その内側にクリアランス(3)を設けて配置した、羽根刃(5)を有する高速回転可能なローター(2)とを備えたホモジナイザーのローター側より疎水性物質と水性媒体とを供給しつつローター(2)を高速で回転させ、ローターとスクリーンとのクリアランス(3)およびスクリーンの通液孔(4)を通過させることにより、疎水性物質を水性媒体中に乳化分散させ、その乳化分散された疎水性物質をマイクロカプセル化することを特徴とするマイクロカプセルの製造方法。

【請求項2】 クリアランス(3)幅が0.1mm~2.0mmである請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【請求項3】 ローター外周の最大径部が5~40m/secの速度で回転する請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【請求項4】 ローターの羽根刃の枚数が2~8枚である請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【請求項5】 ローターのリード角が0~0.4πラジアンである請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【請求項6】 スクリーンの形状がスリット状である請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【請求項7】 スクリーンのスリット数が3~50本である請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【請求項8】 スクリーンのスリット幅が1~10mmである請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【請求項9】 スクリーンの開口面積比が0.5~2.0である請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【請求項10】 スクリーンおよびローターが円錐状または円錐台状である請求項1記載のマイクロカプセルの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は疎水性物質を含むマイクロカプセルの製造方法に関するもので、特に求める平均粒径でかつ粒径分布のシャープなマイクロカプセルを製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】マイクロカプセルは感圧記録紙や感熱記録紙などの記録材料、農薬、医薬、香料、液晶、接着剤等数多くの分野で用いられており、その製法についても多くの方法が提案されている。代表的なマイクロカプセル化法としては、コアセルベーション法、界面重合法、イン・サイチュ法等が知られている。マイクロカプセルの作成に当たっては、特に平均粒径および粒径分布が重要である。平均粒径は用途により異なるが1~100μm程度が求められる。また、粒径分布はできる限り均一であることが望まれる。例えば、感圧複写紙用のマイクロカプセルでは平均粒径4~8μmで粒径分布のシャ

プなカプセルが求められる。なぜなら、2μm以下のカプセルは破壊が容易でなく機能を発現せず発色性の低下を招き、また、10μm以上のカプセルは耐圧性が悪く擦れ汚れの原因となるからである。これらの要求を解決するために、主に乳化分散剤および乳化分散装置を中心に、例えば、特開昭56-147627、特開昭58-40142、特開昭59-87036、特開平2-160579、特開平5-49912など種々の提案がなされているが、性能および生産性の面から必ずしも満足なものとは言えない。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、求められる平均粒径でかつ粒径分布のシャープなマイクロカプセルを製造する方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は通液孔(4)を有するスクリーン(1)と、その内側にクリアランス(3)を設けて配置した、羽根刃(5)を有する高速回転可能なローター(2)とを備えたホモジナイザーのローター側より疎水性物質と水性媒体とを供給しつつローター(2)を高速で回転させ、ローターとスクリーンとのクリアランス(3)およびスクリーンの通液孔(4)を通過させることにより、疎水性物質を水性媒体中に乳化分散させ、その乳化分散された疎水性物質をマイクロカプセル化することを特徴とするマイクロカプセルの製造方法に関する。

【0005】本発明に使用する代表的な装置の概要を図1に示す。図1はハウジング(7)の一部を開放し、スクリーンはその断面のみを示している。図1中、(1)はスクリーンであり(2)はローターである。スクリーン(1)とローター(2)の間には所望の幅のクリアランス(3)が設けられており、この幅は適当に調節可能であってもよい。疎水性物質と水性媒体はハウジング(7)に設けられた窓(6)からハウジング内に吸い込まれ(液の流れ方向を(8)で示す)、ローター(2)で激しく攪拌された後クリアランス(3)により、剪断力を与え、更にスクリーンの通液孔(4)を通過させて、疎水性物質を乳化させる。

【0006】本発明に用いられるスクリーン(1)は例えば図2に示すごとく縦型のスリット状通液孔(4)を有するのが好ましいが、通液孔はこれに限定されるものではなく、パンチング・ホール、メッシュなど様々な形状のものが用いられる。しかしながら、縦型のスリット状通液孔はスクリーンとローター間のクリアランスに吐き出された液に効率的に剪断力を付与し、通液孔で通過液に適切な衝突エネルギーを容易に付与できるので特に好ましいものである。縦型クリアランスの長さ、太さ、形、数、深さなどを適当に変えることによって、マイクロカプセル化すべき系の粘度などに応じてマイクロカプセルの粒径を所望の大きさに調節することができる。

【0007】スクリーン自体の形状はローターの形状に

よるが、図2に示すごとく円錐形または円錐台状であるのが好ましい。それによって吸液側からの液の供給を効率よくすることができ、またスリット部に均一に圧をかけることができる。

【0008】スクリーンのスリットの本数は好ましくは2～100本、より好ましくは3～50本である。スクリーンのスリット幅は好ましくは0.1～50mm、より好ましくは1～10mmである。スクリーンの開口面積比は好ましくは0.1～5.0、より好ましくは0.5～2.0である。

【0009】一般的傾向としては、スクリーンの開口面積比が大きくなるほど、得られるマイクロカプセルの粒径は大きくなる。

【0010】本発明に用いられるローターは、例えば図3および図4に示すごとく、羽根刃(5)を有する。羽根刃の枚数は限定的ではないが2～8枚が好ましい。ローターのリード角は0～0.4πラジアンが好ましい。リード角が0.4πより大きいと吸液が困難になる。またローターの形状は円錐形または円錐台状であるのが好ましい。ローターの外周の最大径部の回転速度が好ましくは1～50m/sec、より好ましくは5～40m/secである。

【0011】ローターとスクリーンのクリアランスは好ましくは0.05～5.0mm、より好ましくは0.1～2.0mmである。クリアランスが5.0mm以上ではローターとスクリーン間の剪断力が著しく低下し、粒径分布が広くなり、また粒径が小さくならない。また0.05mm以下のものは製作上の問題がある。

【0012】本発明におけるローターおよびスクリーンは同軸上に位置し、より好ましくは垂直状に位置し、ローターの上部より、疎水性液体と親水性液体の混合物を送液し、この混合物がローター、ローターとスクリーンとのクリアランスおよびスクリーンを下部方向に通過することにより乳化分散される。

【0013】本発明では、ローターとスクリーンが同一タンク内にセットされ、タンク内の混合液を一定時間乳化分散させることにより、乳化分散粒子を得るバッチ式でも、同タンク内に連続的に混合液を供給するバッチ連続式でも、ローターとスクリーンを円筒中に入れた分散機を用い、配管にて混合液を分散機中に導入する連続式のいずれを用いてもよい。

【0014】また、本発明においては、ローターとスクリーンの組み合わせを同種または異種のものをいくつか同時に用いてもよい。

【0015】本発明に用いられるマイクロカプセル化法は、特に限定的なものではない。例えば、界面重合法、コアセルベーション法、イン・サイチュ法などが例示される。

【0016】本発明において、疎水性物質は、マイクロカプセル化しようとする油性成分、例えば溶剤、ワック

ス、染料、農薬、医薬、殺虫剤、香料、接着剤、油溶性ビタミン、魚油、植物油、鉱物油、触媒、化粧料など、あるいはマイクロカプセルの壁材となる疎水性のポリマー類、例えば(メタ)アクリル系ポリマー、スチレン系ポリマー、アクリロニトリル/塩化ビニリデン共重合物、シリコーン樹脂、ウレタン樹脂、アミド樹脂など、壁材形成用のモノマー類、あるいはこれらを溶解または分散する疎水性の溶剤類などである。

【0017】本発明において水性媒体としては水およびこれに親水性の溶剤、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール、テトラヒドロフラン、ジメチルスルホキシド、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジオキサン、ブチルセロソルブなど、水溶性塩類、例えば塩化ナトリウム、など、マイクロカプセルの壁材形成用水溶性樹脂、例えばゼラチン、セルロース誘導体、尿素、ホルムアルデヒド、尿素またはメラミンノホルムアルデヒド初期重合物、でん粉、分散剤、乳化剤、などを溶解または分散させたものが例示される。

【0018】分散剤としてはアラビアガム、ポリビニルアルコール、セルロース誘導体、アクリル酸重合物あるいはその共重合物、無水マレイン酸共重合物、ビニルベンゼンスルホン酸重合物あるいはその共重合物、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸重合物あるいはその共重合物、水溶性ナイロンなどの水溶性高分子、カオリンクレイ、焼成クレイ、セリサイト、タルク、ベントナイト、シリカ微粒子、アルミナ微粒子、酸化チタン微粒子などのコロイド状無機微粒子などが例示される。また、界面活性剤としてはアルキルカルボン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩などのアニオン界面活性剤、高級アルコールエチレンオキシド付加物、アルキルフェノールのエチレンオキシド付加物などの非イオン界面活性剤などが例示される。

【0019】本発明方法により熱膨張性マイクロカプセル、感圧複写紙用マイクロカプセル、感熱シート用マイクロカプセル、香料、化粧料用マイクロカプセル、忌避剤、農薬等の徐放性マイクロカプセル、難燃剤用マイクロカプセル等、種々の用途のマイクロカプセルを製造することができる。

【0020】本発明製造方法を採用することにより粒径のそろったマイクロカプセルを得ることができる。従って本発明方法で熱膨張性マイクロカプセルを製造すると、従来困難であった粒径が小さくて、しかも熱膨張性が均一なマイクロカプセルが得られる。更に粒径の調整も簡単にできるため、感圧複写紙用に適した4～6μmの範囲で粒径の整ったマイクロカプセルが得られる。

【0021】以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明する。

実施例1

50 アクリロニトリル110部、塩化ビニリデン200部、

メタクリル酸メチル10部、イソブタン40部及びジイソプロピルオキシジカーボネート3部から成る疎水性物質をイオン交換水600部、コロイダルシリカ分散液(30%固形分)130部とジエタノールアミンとアジピン酸の縮合物の50%水溶液3部から成る水系のpH3に調整した媒体に加える。次にこの混合液を加圧容器付きの図1の構造を有する分散機(商品名:クレアミックスCLM-2.5S、エム・テクニク社製)でローターとスクリーンの間隔0.3mm、ローターの羽根数4枚、リード角0°ラジアン、スクリーンのスリット数24本、スリット幅2mm、ローター回転数1800RPM30秒間分散した。この分散液をオートクレーブ中で窒素雰囲気下、3-5kg/cm²、60℃で20時間反応した。平均粒径(ヘロス&ロードス:レーザー回析法)2.1μm;130℃オープン中で1分間加熱したときの体積膨張倍率約50倍の熱膨張性マイクロカプセルを得た。

【0022】実施例2

パラフィン(mp36℃)250部をスク립セット#520(スチレン/無水マレイン酸共重合体;モンサント社製)の部分ナトリウム塩の5%水溶液150部及びイオン交換水600部から成る水系に加えた。

【0023】次に、この混合液を60℃に加温した後、実施例1の分散機を用いてローター回転数1800RPMで30秒間分散し分散液を得た。別に37%ホルマリン65部メラミン25部及びイオン交換水165部から成る混合液を、攪拌下pH9.0に調整し、60℃で約20分間反応し透明なメラミン/ホルムアルデヒド初期重合物を得た。この液を先の分散液に加え、250RPMで攪拌しながら60℃で3時間反応した。続いて残ホルマリン除去のため、系のpHを4.0に調整し、80℃で2時間反応を継続した。平均粒径(ヘロス&ロードス:レーザー回析法)3.8μmのマイクロカプセルが得られた。

【0024】実施例3

ハイゾールSAS-296(アルキル化ジフェニルメタン;日石化学社製)276部にクリスタルバイオレットラクトン(CVL)15部及びベンゾイルロイコメチレンブルー(BLMB)9部を加えた後、加熱溶解させた溶液にアクリロニトリル90部、アクリルアミド10部、メチレンビスアクリルアミド0.5部及びアゾビスイソブチロニトリル(AIBN)1部を加えた溶液をイオン交換水450部、食塩45部、スノーテックス20(コロイダルシリカ;日産化学(株)製)100部、ジエタノールアミンとアジピン酸の縮合物の50%水溶液2部から成る水系に加える。

【0025】次に、この混合液を実施例1の分散機を用いてローター回転数1800RPMで30秒間分散し分散液を得た。この分散液をオートクレーブ中で窒素雰囲気下、3-5kg/cm²、60℃で20時間反応し

た。平均粒径(ヘロス&ロードス:レーザー回析法)6.0μm、10μm以上の粒子が1%以下のマイクロカプセルを得た。

【0026】実施例4

レモン香料250部をスク립セット#550(スチレン/無水マレイン酸共重合体;モンサント社製)の部分ナトリウム塩の5%水溶液150部およびイオン交換水600部から成る水系に加えた。次に、この混合液を実施例1の分散機を用いてローター回転数1800RPM30秒間分散し分散液を得た。別に37%ホルマリン65部、メラミン25部およびイオン交換水165部から成る混合液を、攪拌下pH9.0に調整し、60℃で約20分間反応し透明なメラミン/ホルムアルデヒド初期重合物を得た。この液を先の分散液に加え、250RPMで攪拌しながら60℃で3時間反応した。続いて残ホルマリン除去のため、系のpHを4.0に調整し、80℃で2時間反応を継続した。平均粒径(ヘロス&ロードス/レーザー回析法)1.5μmのマイクロカプセルが得られた。

【0027】実施例5

実施例4のレモン香料に加えてシリコン・オイル(1000cps)を用い同様にカプセル化したところ、3.2μmのマイクロカプセルが得られた。

【0028】比較例1

実施例1に分散機を変えてT. K. オートホモキサーM型(特殊機化工業社製)で回転数10000RPM1分間分散して、カプセル化を行ったところ、実施例1と異なり平均粒径9.5μmと粒径の大きなカプセルが得られた。;このカプセルを130℃オープン中で1分加熱したときの体積膨張倍率は約50倍であった。

【0029】比較例2

実施例2の分散機を変えてT. K. オートホモキサーM型(特殊機化工業社製)で回転数10000RPM1分間分散して、カプセル化を行ったところ、実施例1と異なり平均粒径10.1μmと粒径の大きなカプセルが得られた。

【0030】比較例3

実施例3の分散機を変えてT. K. オートホモキサーM型(特殊機化工業社製)で回転数10000RPM1分間分散して、カプセル化を行ったところ、平均粒径は6.2μmだが、10μm以上が3.2%と粒径分布が広いものとなった。

【0031】

【発明の効果】本発明方法を用いると粒径の調節が容易であり、かつ粒径分布を均一にすることができるので、熱膨張性マイクロカプセルや感圧複写紙用マイクロカプセルを製造する上で特に有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明製造方法を実施するに適したホモジナイザーの部分断面図。

【図 2】 本発明に用いるホモジナイザー用スクリーンの一態様図。

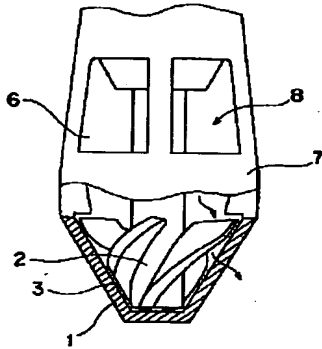
【図 3】 本発明に用いるホモジナイザー用ローターの一態様図。

【図 4】 本発明に用いるホモジナイザー用ローターの一態様図。

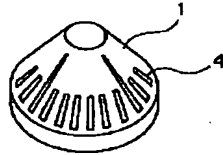
【符号の説明】

(1)スクリーン、 (2)ローター、 (3)クリアランス
(4)スリット、 (5)羽根刃、 (6)窓 (7)ハウジング
グ
(8)液の流れ方向

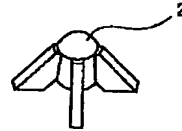
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

// B 4 1 M 5/28

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

6956-2H

B 4 1 M 5/18

1 1 2

(72) 発明者 竹内 圭祐

大阪府八尾市渋川町 2 丁目 1 番 3 号 松本
油脂製薬株式会社内

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the method of being the mean particle diameter for which it asks especially, and manufacturing the sharp microcapsule of particle size distribution, about the manufacture method of the microcapsule containing hydrophobic material.

[0002]

[Description of the Prior Art] The microcapsule is used in many fields, such as record materials, such as pressure sensitive paper and a thermographic recording paper, agricultural chemicals, physic, perfume, liquid crystal, and adhesives, and many methods are proposed also about the process. As a typical microencapsulating method, the coacervation method, interfacial polymerization, the Inn SAICHU method, etc. are learned. In creation of a microcapsule, especially mean particle diameter and particle size distribution are important. Although mean particle diameter changes with uses, about 1-100 micrometers is called for. Moreover, it is desired for particle size distribution to be uniform as much as possible. For example, with the microcapsule for back-coated paper, the sharp capsule of particle size distribution is called for with the mean particle diameter of 4-8 micrometers. A capsule 2 micrometers or less is not easy to destroy, and a function is not discovered, the fall of coloring nature is caused, and a capsule 10 micrometers or more is because pressure resistance is worn bad and causes dirt. Although various proposals, such as JP,56-147627,A, JP,58-40142,A, JP,59-87036,A, JP,2-160579,A, and JP,5-49912,A, are mainly made centering on an emulsification dispersant and emulsification distribution equipment in order to solve these demands, it cannot be said to be the engine performance and what is not necessarily satisfactory from the field of productivity.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention aims at offering the method of being the mean particle diameter called for and manufacturing the sharp microcapsule of particle size distribution.

[0004]

[Means for Solving the Problem] This invention has prepared and arranged path clearance (3) to a screen (1) which has a dipping hole (4), and its inside. A rotor (2) is rotated at high speed, supplying hydrophobic material and aqueous data medium from a rotor side of a homogenizer equipped with a high-speed pivotable rotor (2) which has a wing edge (5). By passing path clearance (3) of a rotor and a screen, and a dipping hole (4) of a screen, it is related with a manufacture method of a microcapsule which is made to carry out emulsification distribution of the hydrophobic material into aqueous data medium, and is characterized by microencapsulating the hydrophobic material by which emulsification distribution was carried out.

[0005] An outline of typical equipment used for this invention is shown in drawing 1. Drawing 1 opens some housing (7) wide, and a screen shows only the cross section. Among drawing 1, (1) is a screen and (2) is a rotor. Between a screen (1) and a rotor (2), path clearance (3) of desired width of face is prepared, and this width of face is adjusted suitably. After hydrophobic material and aqueous data medium are absorbed in housing ((8) shows a flow direction of liquid) and are violently agitated with a

rotor (2) from an aperture (6) prepared in housing (7), they give shearing force, pass a dipping hole (4) of a screen further, and make hydrophobic material emulsify by path clearance (3).

[0006] Although it is desirable to have a slit-like dipping hole (4) of a vertical mold as for a screen (1) used for this invention as shown in drawing 2, a dipping hole is not limited to this and a thing of various configurations, such as a punching hole and a mesh, is used. However, since a slit-like dipping hole of a vertical mold gives shearing force efficiently to a screen and liquid breathed out by path clearance between rotors and can give suitable collision energy for passage liquid easily with a dipping hole, it is especially desirable. According to viscosity of a system which should microencapsulate etc., particle size of a microcapsule can be adjusted in desired magnitude by changing suitably the length of vertical mold path clearance, a size, a form, a number, the depth, etc.

[0007] Although a configuration of the screen itself is based on a configuration of a rotor, it is desirable to have the shape of a **** form or crucible former, as shown in drawing 2. Supply of liquid from a liquid absorption side can be made efficient by it, and ** can be applied to homogeneity at the slit section.

[0008] 2-100 numbers of a slit of a screen are 3-50 more preferably. Slit width of a screen is 1-10mm more preferably 0.1-50mm. opening surface ratio of a screen -- desirable -- 0.1-5.0 -- it is 0.5-2.0 more preferably.

[0009] As a general tendency, particle size of a microcapsule obtained becomes large, so that opening surface ratio of a screen becomes large.

[0010] A rotor used for this invention has a wing edge (5), as shown in drawing 3 and drawing 4.

Although number of sheets of a wing edge is not restrictive, its 2-8 sheets are desirable. A lead angle of a rotor has a desirable 0 - 0.4pi radian. Liquid absorption will become difficult if a lead angle is larger than 0.4pi. Moreover, as for a configuration of a rotor, it is desirable to have the shape of a **** form or crucible former. Rotational speed of the overall diameter section of a periphery of a rotor is 5 - 40 m/sec more preferably one to 50 m/sec.

[0011] Path clearance of a rotor and a screen is 0.05-5.0mm preferably. It is 0.1-2.0mm preferably. By 5.0mm or more, shearing force between a rotor and a screen declines [path clearance] remarkably, and particle size distribution becomes large, and particle size does not become small. Moreover, a thing 0.05mm or less has a problem on manufacture.

[0012] A rotor and a screen in this invention are located on the same axle, and are more preferably located in the shape of a perpendicular, and from the upper part of a rotor, they send mixture of a hydrophobic liquid and a hydrophilic liquid, and when this mixture passes path clearance and a screen of a rotor, a rotor, and a screen in the direction of the lower part, emulsification distribution is carried out.

[0013] In this invention, a rotor and a screen are set in the same tank and any of continuous system to which a batch type which obtains an emulsification particulate material also introduces mixed liquor into a disperser for piping using a disperser which put in a rotor and a screen into a cylinder also with batch continuous system which supplies mixed liquor continuously in this tank may be used by carrying out fixed time amount emulsification distribution of the mixed liquor in a tank.

[0014] Moreover, in this invention, some congener or things of a different kind may be used for coincidence for combination of a rotor and a screen.

[0015] The microencapsulating method used for this invention is not especially restrictive. For example, interfacial polymerization, the coacervation method, the Inn SAICHU method, etc. are illustrated.

[0016] An oily component which is going to microencapsulate hydrophobic material in this invention, For example, a solvent, a wax, a color, agricultural chemicals, physic, an insecticide, perfume, adhesives, The hydrophobic polymer it is incomparable to a wallplate of microcapsules, such as an oil solubility vitamin, fish oil, vegetable oil, straight mineral oil, a catalyst, and a charge of makeup For example, (meta), they are monomers for wallplate formation, such as acrylic polymer, styrene system polymer, acrylonitrile / vinylidene-chloride copolymerization object, silicone resin, urethane resin, and amide resin, or the hydrophobic solvents which dissolve or distribute these.

[0017] this invention -- setting -- as aquosity data medium -- water and this -- wallplate formation of microcapsules, such as water-soluble salts, for example, a sodium chloride etc., such as a solvent of

hydrophilicity, for example, a methanol, ethanol, isopropanol, a tetrahydrofuran, dimethyl sulfoxide, ethylene glycol, propylene glycol, dioxane, and butyl cellosolve, -- service water -- what dissolves or distributed solubility resin, for example, gelatin, a cellulosic, a urea, formaldehyde, a urea or melamine NOHORUMU aldehyde prepolymer, starch, a dispersant, an emulsifier, etc. is illustrated.

[0018] As a dispersant, colloid inorganic particles, such as water soluble polymers, such as gum arabic, polyvinyl alcohol, a cellulosic, an acrylic-acid polymerization object or the copolymerization object and a maleic-anhydride copolymerization object, a vinylbenzene sulfonic-acid polymerization object, the copolymerization object and a 2-acrylamido-2-methyl-propane-sulfonic-acid polymerization object, or the copolymerization object, water-soluble nylon, kaolin clay, baking clay, a sericite, talc, a bentonite, a silica particle, an alumina particle, and a titanium oxide particle, etc. are illustrated. Moreover, as a surfactant, nonionic surface active agents, such as anionic surface active agents, such as alkyl carboxylate, an alkyl sulfonate, and alkylbenzene sulfonates, a higher-alcohol ethylene oxide addition product, and an ethylene oxide addition product of alkylphenol, etc. are illustrated.

[0019] Microcapsules of various uses, such as sustained-release microcapsules, such as a microcapsule for a thermal-expansion nature microcapsule, a microcapsule for back-coated paper, a microcapsule for sensible-heat sheets, perfume, and the charges of makeup, a repellent, and agricultural chemicals, and a microcapsule for flame retarders, can be manufactured by this invention method.

[0020] A microcapsule to which particle size was equal can be obtained by adopting this invention manufacture method. Therefore, if a thermal-expansion nature microcapsule is manufactured by this invention method, a conventionally difficult particle size will be small and, moreover, a microcapsule with uniform thermal-expansion nature will be obtained. Furthermore, since adjustment of particle size can also be simplified, a microcapsule with which particle size was ready in [suitable for back-coated paper] 4-6 micrometers is obtained.

[0021] Hereafter, an example is given and this invention is further explained to details.

It adds to data medium which adjusted hydrophobic material which consists of the example 1 acrylonitrile 110 section, the vinylidene-chloride 200 section, the methyl-methacrylate 10 section, the isobutane 40 section, and the diisopropyl oxy-dicarbonate 3 section to pH3 of a basin system which consists of the 50% aqueous solution 3 of a condensate of the ion-exchange-water 600 section, the colloidal silica dispersion-liquid (30% solid content) 130 section, diethanolamine, and an adipic acid section. Next, this mixed liquor was distributed for rotor rotational frequency 1800RPM 30 seconds four wings of a rotor, and a gap of 0.3mm of a screen and a rotor, a lead angle 0pi radian, the 24 slit number of screens, and slit width of 2mm by disperser (trade name: KUREA mix CLM-2.5S, M Technique Co., Ltd. make) which has structure of drawing 1 with a pressurization container. These dispersion liquid were reacted at 3-5 kg/cm² and 60 degrees C under nitrogen-gas-atmosphere mind in an autoclave for 20 hours. A thermal-expansion nature microcapsule about 50 times the cubical-expansion scale factor when heating for 1 minute in; with a mean particle diameter (HEROSU & Rhodes: laser diffraction method) of 2.1 micrometers 130 degree-C oven of this was obtained.

[0022] The example 2 paraffin (mp36 degree C) 250 section was added to a basin system which consists of the 5% aqueous solution 150 of partial sodium salt of Scripset #520 (styrene / maleic-anhydride copolymerization object; Monsanto Co. make) section, and the ion-exchange-water 600 section.

[0023] Next, after warming this mixed liquor at 60 degrees C, it distributed for 30 seconds by rotor rotational frequency 1800RPM using a disperser of an example 1, and dispersion liquid were obtained. Mixed liquor which consists of the formalin 65 section melamine 25 section and the ion-exchange-water 165 section 37% independently was adjusted to the bottom pH 9.0 of churning, it reacted for about 20 minutes at 60 degrees C, and transparent melamine / formaldehyde prepolymer were obtained. This liquid was added to previous dispersion liquid, and it reacted at 60 degrees C for 3 hours, agitating by 250RPM. Then, for ** formalin removal, pH of a system was adjusted to 4.0 and a reaction was continued at 80 degrees C for 2 hours. It was obtained in a microcapsule with a mean particle diameter (HEROSU & Rhodes: laser diffraction method) of 3.8 micrometers.

[0024] After adding the crystal violet lactone (CVL) 15 section and the benzoyl leuco-methylene-blue (BLMB) 9 section to the example 3 high ZORU SAS-296 (alkylation diphenylmethane; Nippon Oil

chemistry company make) 276 section, In a solution which carried out heating dissolution, the acrylonitrile 90 section, the acrylamide 10 section, A solution which added the methylenebis acrylamide 0.5 section and the azobisisobutyronitril (azobisuisobutironitoriru) 1 section The ion-exchange-water 450 section, It adds to a basin system which consists of the 50% aqueous solution 2 of a condensate of the salt 45 section, the Snow tex 20 (colloidal silica; product made from Nissan Chemistry) 100 section, diethanolamine, and an adipic acid section.

[0025] Next, this mixed liquor was distributed for 30 seconds by rotor rotational frequency 1800RPM using a disperser of an example 1, and dispersion liquid were obtained. These dispersion liquid were reacted at 3-5 kg/cm² and 60 degrees C under nitrogen-gas-atmosphere mind in an autoclave for 20 hours. Mean particle diameter (HEROSU & Rhodes: laser diffraction method) of 6.0 micrometers and a particle 10 micrometers or more obtained 1% or less of microcapsule.

[0026] The example 4 lemon perfume 250 section was added to a basin system which consists of the 5% aqueous solution 150 of partial sodium salt of Scripset #550 (styrene / maleic-anhydride copolymerization object; Monsanto Co. make) section, and the ion-exchange-water 600 section. Next, this mixed liquor was distributed for rotor rotational frequency 1800RPM 30 seconds using a disperser of an example 1, and dispersion liquid were obtained. Mixed liquor which consists of the formalin 65 section, the melamine 25 section, and the ion-exchange-water 165 section 37% independently was adjusted to the bottom pH 9.0 of churning, it reacted for about 20 minutes at 60 degrees C, and transparent melamine / formaldehyde prepolymer were obtained. This liquid was added to previous dispersion liquid, and it reacted at 60 degrees C for 3 hours, agitating by 250RPM. Then, for ** formalin removal, pH of a system was adjusted to 4.0 and a reaction was continued at 80 degrees C for 2 hours. A microcapsule with a mean particle diameter (HEROSU & Rhodes / laser diffraction method) of 1.5 micrometers was obtained.

[0027] When it encapsulated similarly using silicone oil (1000cps) in addition to lemon perfume of example 5 example 4, a 3.2-micrometer microcapsule was obtained.

[0028] It changed into example of comparison 1 example 1 at a disperser, and when it encapsulated dispersedly for rotational frequency 10000RPM 1 minute with a T.K. auto homomixer M mold (special opportunity-ized industrial company make), unlike an example 1, a capsule with big mean particle diameter M of 9.5micro and particle size was obtained. ; It was about 50 times the cubical-expansion scale factor when heating this capsule in 130-degree-C oven for 1 minute of this.

[0029] It changed into a disperser of example of comparison 2 example 2, and when it encapsulated dispersedly for rotational frequency 10000RPM 1 minute with a T.K. auto homomixer M mold (special opportunity-ized industrial company make), unlike an example 1, a capsule with big mean particle diameter of 10.1 micrometers and particle size was obtained.

[0030] It changed into a disperser of example of comparison 3 example 3, and when it encapsulated dispersedly for rotational frequency 10000RPM 1 minute with a T.K. auto homomixer M mold (special opportunity-ized industrial company make), 6.2 micrometers of mean particle diameter became what has 10 micrometers or more with large 3.2% and particle size distribution but.

[0031]

[Effect of the Invention] Accommodation of the diameter of a grain using this invention method is easy, and since particle size distribution can be made into homogeneity, it is useful especially when manufacturing a thermal-expansion nature microcapsule and the microcapsule for back-coated paper.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture method of a microcapsule which is made to carry out emulsification distribution of the hydrophobic material into aqueous data medium, and is characterized by to microencapsulate the hydrophobic material by which emulsification distribution was carried out by rotating a rotor (2) at high speed, supplying hydrophobic material and aqueous data medium from a rotor side of a homogenizer characterized by to provide the following, and passing path clearance (3) of a rotor and a screen, and a dipping hole (4) of a screen A screen which has a dipping hole (4) (1) A high-speed pivotable rotor which has a wing edge (5) which has prepared and arranged path clearance (3) to the inside (2)

[Claim 2] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 that path clearance (3) width of face is 0.1mm - 2.0mm.

[Claim 3] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 which the overall diameter section of a rotor periphery rotates at the rate of 5 - 40 m/sec.

[Claim 4] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 that there is 2-8 number of sheets of a wing edge of a rotor.

[Claim 5] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 that a lead angle of a rotor is a 0 - 0.4pi radian.

[Claim 6] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 that a configuration of a screen is a slit-like.

[Claim 7] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 that the number of slits of a screen is 3-50.

[Claim 8] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 that slit width of a screen is 1-10mm.

[Claim 9] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 that opening surface ratio of a screen is 0.5-2.0.

[Claim 10] A manufacture method of a microcapsule according to claim 1 that a screen and a rotor have the shape of the shape of ****, and crucible former.

[Translation done.]

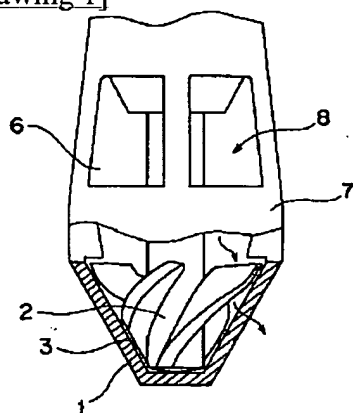
* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

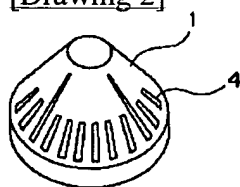
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

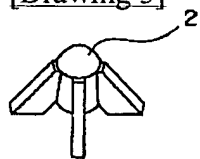
[Drawing 1]



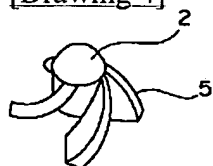
[Drawing 2]



[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Translation done.]